

F5

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-277195

(P 2 0 0 3 - 2 7 7 1 9 5 A)

(43) 公開日 平成15年10月2日 (2003. 10. 2)

| (51) Int. Cl. <sup>7</sup> | 識別記号 | F I         | ターマコード <sup>*</sup> (参考) |
|----------------------------|------|-------------|--------------------------|
| C30B 29/38                 |      | C30B 29/38  | D 4G077                  |
| H01L 21/205                |      | H01L 21/205 | 5F041                    |
| 33/00                      |      | 33/00       | C 5F045                  |
| H01S 5/323                 | 610  | H01S 5/323  | 610 5F073                |

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全14頁)

(21) 出願番号 特願2002-84963 (P 2002-84963)

(22) 出願日 平成14年3月26日 (2002. 3. 26)

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(71) 出願人 000005120

日立電線株式会社

東京都千代田区大手町一丁目6番1号

(72) 発明者 碓井 彰

東京都港区芝5丁目7番1号 日本電気株式会社社内

(74) 代理人 100110928

弁理士 速水 進治

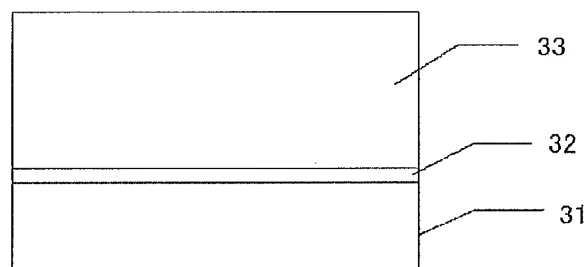
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 III-V族窒化物系半導体基板およびその製造方法

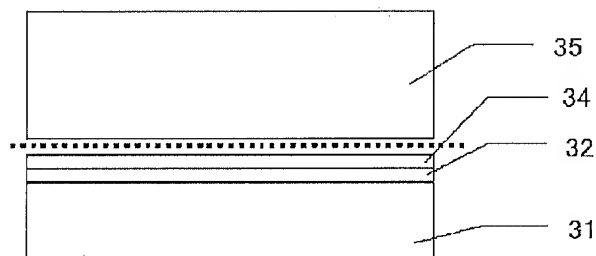
(57) 【要約】

【課題】 反りの小さい自立したIII-V族窒化物系半導体基板を提供する。

【解決手段】 サファイア基板31上に、Ga N低温バッファ層32を介してGa N層33をエピタキシャル成長させる。次いでこの基板を反応管から取り出し、サファイア基板31、Ga N低温バッファ層32およびGa N層33の一部を除去することにより自立Ga N基板35を得る(図3(b))。その後、この自立Ga N基板35を電気炉に入れ、NH<sub>3</sub>雰囲気中で1200℃で24時間熱処理を行う。以上のようにして、表面転位密度 $4 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 、裏面転位密度 $8 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 、転位密度比50の自立Ga N基板が得られる。この自立Ga N基板35の反りは大幅に低減されていた。



(a)



(b)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 自立した III-V 族窒化物系半導体基板であって、転位密度の低い側の面の転位密度を  $n_1$ 、転位密度の高い側の面の転位密度を  $n_2$  としたとき、 $n_2/n_1$  の値が 750 未満であることを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の III-V 族窒化物系半導体基板において、 $n_1$  が  $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$  以下であることを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 3】 自立した III-V 族窒化物系半導体基板において、刃状転位密度の低い側の面の転位密度を  $m_1$ 、刃状転位密度の高い側の面の転位密度を  $m_2$  としたとき、 $m_2/m_1$  の値が 1000 未満であることを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 4】 請求項 3 に記載の III-V 族窒化物系半導体基板において、 $m_1$  が  $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  以下であることを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 5】 請求項 1 乃至 4 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板において、厚みが 30  $\mu\text{m}$  以上 1 mm 以下であることを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 6】 請求項 1 乃至 5 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板において、Ga N または Al Ga N からなる層を含むことを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 7】 異種基板の上部に III-V 族窒化物系半導体層を形成する工程と、前記 III-V 族窒化物系半導体層と前記異種基板とを分離する工程と、前記 III-V 族窒化物系半導体層の前記異種基板を分離した側の面に対して、転位密度を低減する処理を行う工程と、を含むことを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法。

【請求項 8】 異種基板の上部に III-V 族窒化物系半導体層をエピタキシャル成長により形成した後、前記 III-V 族窒化物系半導体層と前記異種基板とを分離する工程を含む III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法であって、前記 III-V 族窒化物系半導体層の成長中、または前記 III-V 族窒化物系半導体層の成長後、1150℃以上の温度で熱処理を行うことを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法。

【請求項 9】 請求項 8 に記載の III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法において、前記 III-V 族窒化物系半導体層の前記異種基板を分離した側の面に対して、転位密度を低減する処理を行う工程を含むことを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法。

【請求項 10】 請求項 7 または 9 に記載の III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法において、転位密度を低減する前記処理は、前記 III-V 族窒化物系半導体層について、前記異種基板を分離した側から 100  $\mu\text{m}$  以上

にわたる領域を除去する工程を含むことを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法。

【請求項 11】 請求項 7、9 または 10 に記載の III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法において、転位密度を低減する前記処理は、前記 III-V 族窒化物系半導体層を、1150℃以上の温度で熱処理する工程を含むことを特徴とする III-V 族窒化物系半導体基板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、III-V 族窒化物系半導体基板およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】窒化物半導体材料は、禁制帯幅が充分大きく、バンド間遷移も直接遷移型であるため、短波長発光素子への適用が盛んに検討されている。また、電子の飽和ドリフト速度が大きいこと、ヘテロ接合による 2 次元キャリアガスの利用が可能なこと等から、電子素子への応用も期待されている。

【0003】これらの素子を構成する窒化物半導体層は、有機金属気相成長法 (MOVPE)、分子線気相成長法 (MBE)、ハイドライド気相成長法 (HVPE) 等の気相成長法を用いて下地基板の上にエピタキシャル成長を行うことにより得られる。ところが、この窒化物半導体層と格子定数の整合する下地基板が存在しないため、良質の成長層を得ることが困難であり、得られる窒化物半導体層中には多くの結晶欠陥が含まれていた。この結晶欠陥は、素子特性の向上を阻害する要因となることから、これまで、窒化物半導体層中の結晶欠陥を低減する検討が盛んに行われてきた。

【0004】結晶欠陥の比較的小さい III 族元素窒化物系結晶を得るための方法として、サファイア等の異種基板上に低温堆積緩衝層 (バッファ層) を形成し、その上にエピタキシャル成長層を形成する方法が知られている。低温堆積緩衝層を用いた結晶成長法では、まず、サファイア等基板上に Al N または Ga N を 500℃付近で堆積し、アモルファス状の膜ないし一部多結晶を含む連続膜を形成する。これを 1000℃付近に昇温することで一部を蒸発させ、また結晶化することで、密度の高い結晶核を形成する。これを成長の核として比較的小さい III 族元素窒化物系結晶を得るには不充分であった。

【0005】そこで、結晶成長用の基板として Ga N 基板を用い、この上に素子部を構成する半導体多層膜を形成する手法が盛んに検討されている。以下、こうした結晶成長用の Ga N 基板を、自立 Ga N 基板と称する。自立 Ga N 基板を得るための手法として、ELO (Epitaxial Lateral Overgrowth) 技術が知られている。ELO

とは、下地基板にストライプ状開口部を有するマスクを形成し、開口部からラテラル成長させることにより転位の少ないGaN層を得る技術である。特開平11-251253号公報では、このELO技術を用いてサファイア基板上にGaN層を形成した後、サファイア基板をエッチング等により除去し、自立GaN基板を得ることが提案されている。

【0006】一方、ELOの手法をさらに発展させた手法としてFIELO (Facet-Initiated Epitaxial Lateral Overgrowth) 技術 (A. Usui et al., Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 36 (1997) pp. L. 899-L. 902) が開発されている。この技術は、酸化シリコンマスクを用いて選択成長を行う点でELOと共通するが、その際、マスク開口部にファセットを形成する点で相違している。ファセットを形成することにより、転位の伝搬方向を変え、エピタキシャル成長層の上部に至る貫通転位を低減するものである。この方法を用いることにより、たとえばサファイア等の下地基板上に厚膜のGaN層を成長させ、その後下地基板を除去することにより、結晶欠陥の比較的小ない良質の自立GaN基板を得ることができる。

#### 【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような方法で作製した自立GaN基板には解決すべき課題も残されていた。その最も大きな課題は反りの発生である。例えばサファイア基板を除去した自立GaN基板では、成長面を上にして、凹面状に反っていることが知られている。この反りの曲率半径は数十cm程度にも達する。この反りが大きいと、これを基板としてデバイス用の層構造をMOVPE装置などで成長する場合に、基板ホルダーに基板が密着できないため温度分布が生じて均一な組成、不純物分布などが得られない。また、均一なリソグラフィが困難となるため、デバイスの歩留まりが大きく損なわれる。この反りの大きさはもちろん小さいほどよいが、曲率半径として1m以上とすることが望まれる。

【0008】本発明は上記事情に鑑みなされたものであって、反りの小さいIII-V族窒化物系半導体自立基板を提供することを目的とする。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らの検討によれば、自立基板の反りは、基板表面と裏面とのそれぞれの面で平均した転位（特に刃状転位）密度が異なり、基板中で分布を持つためであることが原因していることが判明した。すなわち、基板の一方の面と他方の面との転位密度の差が大きいほど、その反りは大きくなるのである。従って、反りを低減するためには、この転位密度の分布を制御することが極めて重要となる。

【0010】一方の面と他方の面との刃状転位密度の差が転位の勾配が基板の反りをもたらすことについては、次のように考えることができる。六方晶GaNにおいて

は、結晶粒が高密度で存在しており、異種基板との格子不整合によって、結晶粒同士にわずかな回転のずれが存在するために、その境界には刃状転位が多数存在することになる。刃状転位密度と結晶粒サイズの間にはほぼ線形な関係が認められ、この結晶粒の大きさ $d$ 。と基板内部に蓄積される歪の大きさ $(\epsilon)$ には、

$$\epsilon = \Delta / d_0 \quad (1)$$

という関係式が成り立つ。ここで、 $\Delta$ は、ほぼ、刃状転位のバーガースベクトルに等しい。従って、一方の面と他方の面で転位密度が異なる基板が存在すると、この歪の大きさが基板内部で異なり、それが原因で反りが発生する。

【0011】実際に、異種基板上にGaN層をエピタキシャル成長させた後、異種基板を除去することにより自立GaN基板を作製した場合、基板とGaN層との界面において、格子不整合に由来して $10^{10} \sim 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ の

の高い刃状転位密度となる。このような結晶でも、ラテラル成長をはじめとする種々の低転位化技術や、厚膜成長によって、GaN層表面では $10^5 \sim 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 程度の転位密度まで下がる。このような基板の反りは、通常、一方の面の刃状転位密度が $10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 程度で、他方の面の刃状転位密度が $10^6 \text{ cm}^{-2}$ 程度となる。厚さが $200 \mu\text{m}$ の自立GaN基板の場合には、反りの曲率半径はおよそ $20 \text{ cm}$ と非常に大きくなり、このままではデバイス応用に供することは困難である。一方、刃状転位密度が高い側の面でその値が $10^7 \text{ cm}^{-2}$ 程度と小さくなれば、反りの曲率半径は $10 \text{ m}$ 程度と反りが大きく改善され、デバイス応用に適した基板を得ることができる。

【0012】以上、特に刃状転位密度の制御によって基板の反りを抑制できる理由について述べたが、同様に、刃状転位密度を含む全転位密度を制御することによっても基板の反りを有効に抑制できる。

【0013】本発明は、上記観点に基づいてなされたものであり、全転位密度、特に刃状転位密度の制御によって基板の反りを抑制するものである。

【0014】本発明によれば、自立したIII-V族窒化物系半導体基板であって、転位密度の低い側の面の転位密度を $n_1$ 、転位密度の高い側の面の転位密度を $n_2$ としたとき、 $n_2 / n_1$ の値が750未満であることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板が提供される。

【0015】本発明によれば、基板の反りが顕著に改善される。反りの低減効果が安定的に得られることから、製造安定性の点でも優れる。

【0016】このIII-V族窒化物系半導体基板において、 $n_1$ は、好ましくは $1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 以下、より好ましくは $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 以下とすることができる。こうすることで、良好な結晶品質を実現しつつ反りを効果的に抑制することができる。

【0017】また本発明によれば、自立したIII-V族

窒化物系半導体基板において、刃状転位密度の低い側の面の転位密度を $m_1$ 、刃状転位密度の高い側の面の転位密度を $m_2$ としたとき、 $m_2/m_1$ の値が1000未満であることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板が提供される。

【0018】本発明によれば、基板の反りが顕著に改善される。反りの低減効果が安定的に得られることから、製造安定性の点でも優れる。

【0019】このIII-V族窒化物系半導体基板において、 $m_1$ は、好ましくは $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 以下、より好ましくは $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下とすることができる。こうすることで、良好な結晶品質を実現しつつ反りを効果的に抑制することができる。

【0020】さらに本発明によれば、異種基板の上部にIII-V族窒化物系半導体層を形成する工程と、前記III-V族窒化物系半導体層と前記異種基板とを分離する工程と、前記III-V族窒化物系半導体層の前記異種基板を分離した側の面に対して、転位密度を低減する処理を行う工程と、を含むことを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板の製造方法が提供される。

【0021】また本発明によれば、異種基板の上部にIII-V族窒化物系半導体層をエピタキシャル成長により形成した後、前記III-V族窒化物系半導体層と前記異種基板とを分離する工程を含むIII-V族窒化物系半導体基板の製造方法であって、前記III-V族窒化物系半導体層の成長中、または前記III-V族窒化物系半導体層の成長後、 $1150^\circ\text{C}$ 以上の温度で熱処理を行うことを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板の製造方法が提供される。この製造方法において、III-V族窒化物系半導体層の前記異種基板を分離した側の面に対して、転位密度を低減する処理を行う工程を含む構成とすることができる。

【0022】上記製造方法によれば、基板の反りが顕著に改善された自立III-V族窒化物系半導体基板を安定的に得ることができる。

【0023】このIII-V族窒化物系半導体基板の製造方法において、転位密度を低減する前記処理は、前記III-V族窒化物系半導体層について、前記異種基板を分離した側から $100 \mu\text{m}$ 以上にわたる領域を除去する工程を含む構成とすることができる。

【0024】また、このIII-V族窒化物系半導体基板の製造方法において、転位密度を低減する処理は、III-V族窒化物系半導体層を、 $1150^\circ\text{C}$ 以上の温度で熱処理する工程を含む構成とすることができる。こうすることで、転位密度を効果的に低減できる。なお、処理時間は好ましくは10分以上とする。また、転位密度を安定的に低減する観点からは、 $1200^\circ\text{C}$ 以上の温度で熱処理を行うことがより好ましい。

【0025】なお、本発明における転位密度および刃状転位密度は、面内の平均密度をいう。たとえばマスク成

長によって作製したIII-V族窒化物系半導体基板の場合、製造方法によっては基板面内で転位密度が異なる場合がある。このような面内転位密度分布が存在する場合、平均転位密度や平均刃状転位密度を上記範囲内の値となるように構成することで、基板の反りを効果的に低減することができる。

【0026】

【発明の実施の形態】本発明における「自立した」基板とは、自らの形状を保持でき、ハンドリングに不都合が生じない程度の強度を有する基板をいう。このような強度を具備するようにするため、自立基板の厚みは、好ましくは $30 \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $50 \mu\text{m}$ 以上とする。また、素子形成後の劈開の容易性等を考慮し、自立基板の厚みは、好ましくは $1 \text{ mm}$ 以下、より好ましくは $300 \mu\text{m}$ 以下とする。あまり厚さが厚いと劈開が困難となり、劈開面に凹凸が生じる。この結果、たとえば半導体レーザ等に適用した場合、反射のロスによるデバイス特性の劣化が問題となる。

【0027】本発明におけるIII-V族窒化物系半導体とは、 $\text{In}_x\text{Ga}_y\text{Al}_{1-x-y}\text{N}$  ( $0 \leq x \leq 1$ ,  $0 \leq y \leq 1$ ,  $0 \leq x+y \leq 1$ ) で表される半導体が挙げられる。このうち、 $\text{GaN}$ 、 $\text{AlGaN}$ 等の半導体が好ましく用いられる。強度、製造安定性等、基板材料に求められる特性を満足するからである。

【0028】本発明は、自立基板の転位密度、特に刃状転位密度の低減によって基板の反りを抑制するものである。一般に転位のキャラクタとして、「刃状 (edge)」、「螺旋 (screw)」といった名称が用いられる。この刃状転位および螺旋転位は、転位線の走る方向に対してバーガースベクトル $b$ がそれぞれ、垂直、平行な場合を示している。刃状と螺旋のキャラクタが混ざった場合、すなわち転位線に対してバーガースベクトル $b$ が斜めのときは「混合 (mixed)」転位と呼ぶ。ここで、一本の転位内で、バーガースベクトル $b$ の方向に対して転位線方向が変化する場合がある。転位は必ずしも真っ直ぐに走っているとは限らず、むしろ曲がっている場合が多い。極端な例として転位線が輪状に形成されている場合を考えると、バーガースベクトル $b$ と平行に走る部分は螺旋転位となり、バーガースベクトル $b$ と垂直に走る部分は刃状転位となる。本発明における「刃状転位」とは、このように転位の一部が刃状転位となっている場合も含む。

【0029】転位キャラクタの判別は、たとえば透過電子顕微鏡 (TEM) により行うことができる。TEM観察の際に選択された回折格子面の法線ベクトル (「回折ベクトル」と呼ぶ。)  $g$  と転位線のバーガースベクトル $b$ が垂直である場合、すなわち、それぞれのベクトルの内積がゼロ (回折ベクトル $g \cdot$  バーガースベクトル $b = 0$ ) の場合に転位のコントラストが消滅することになる。このことを利用することにより、未知の転位キャラ

クタ（刃状、螺旋、混合）を決定することができる。

【0030】また、転位キャラクタは、化学溶液によって選択的にエッチングし、その結果形成された窪み（エッチピット）の形状および深さの観察結果から判別することもできる。

【0031】本発明における自立したIII-V族窒化物系半導体基板は、異種基板上にFIELOあるいはペンディオエピタキシにより形成した後、かかる異種基板を除去することにより形成することができる。このような方法で作製した場合、表面転位密度の少ない基板を安定的に製造することができる。FIELOは、複数の開口部を有するマスクを形成し、開口部を成長領域としてフ

ァセット構造を形成しながらGa<sub>1-x</sub>N層を気相成長させる方法である。隣接する開口部から成長したGa<sub>1-x</sub>N結晶が合体して、転移の伝搬方向が基板と平行な方向に変化し、表面転移密度の低いGa<sub>1-x</sub>N層が得られる。このGa<sub>1-x</sub>N層と異種基板を分離することにより、高品質の自立Ga<sub>1-x</sub>N基板を得ることができる。一方、ペンディオエピタキシは、まず、異種基板上にAl<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N（0 ≤ x ≤ 1）からなる低温バッファ層を形成し、次いでこの上にAl<sub>y</sub>Ga<sub>1-y</sub>N（0 ≤ y ≤ 1）からなる第一の結晶層を形成する。この結晶層の上に複数のストライプ状開口部を有するマスクを形成した後、エッチングを行い、ストライプ状の第一のAl<sub>y</sub>Ga<sub>1-y</sub>N層を形成する。そして、これを起点としてAl<sub>z</sub>Ga<sub>1-z</sub>N（0 ≤ z ≤ 1）結晶を気相成長させ、厚膜のAl<sub>z</sub>Ga<sub>1-z</sub>Nからなる第二の単結晶層を形成する。その後、第二の単結晶層と異種基板を分離することにより、高品質の自立基板を得ることができる。

【0032】ところが、こうした方法により基板を作製した場合、転位が低減され、良好な結晶品質が得られるが、反りについてはより促進される方向となる。素子形成面については転位が効果的に低減される一方、素子形成面と反対側の面については転位が多量に残存した状態となるため、低転位化を図ることにより、かえって基板表面と裏面における転位密度の比が通常よりも増大するからである。本発明はこうした低転位基板に適用した場合、顕著な効果を発揮し、良好な結晶品質を実現しつつ反りを効果的に抑制することができる。

#### 【0033】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。なお、実施例中、「全転位密度」および「刃状転位密度」は、基板表面や基板裏面の平均密度を意味する。

#### 【0034】実施例1

本実施例では、前述のFIELOを用いてサファイア基板上にGa<sub>1-x</sub>Nエピタキシャル層を成長させ、その後、サファイア基板を除去することにより自立Ga<sub>1-x</sub>N基板を作製し、評価した。以下、本実施例に係る自立Ga<sub>1-x</sub>N基板の作製方法について図1を参照して説明する。

【0035】まず図1（a）のようにサファイア基板11を用いて、Ga<sub>1-x</sub>Nエピタキシャル層12を成長させ、その上に、ストライプ状の開口部を有する酸化シリコンマスク13を形成し、図2に示したHVPE成長装置にセットする。この装置では、III族元素のハロゲン化物であるGaCl<sub>3</sub>を基板に輸送できる装置であり、GaCl<sub>3</sub>は、導入管22からH<sub>2</sub>もしくはN<sub>2</sub>といったキャリアガスとともに供給されるHClとGa金属21との反応で生成される。基板領域で、GaCl<sub>3</sub>と導入管23から供給されるNH<sub>3</sub>とが混合され、これらが反応しながら基板24上でGa<sub>1-x</sub>Nが気相成長する。基板領域の温度は電気炉25で1000℃に設定した。また、原料となるGaCl<sub>3</sub>分圧、NH<sub>3</sub>分圧を基板領域でそれぞれ、5 × 10<sup>-3</sup> atm、0.3 atmとした。この条件で成長速度は約50 μm/hである。ドーピング原料ガスであるSiH<sub>4</sub>、Cl<sub>2</sub>は、ドーピングガス導入管26から基板領域に供給することでドーピングを行い、図1

（b）のような約350 μm厚のSiをドーブしたGa<sub>1-x</sub>N層14を成長させた。

【0036】この基板を反応管から取り出し、図1

（c）のようにサファイア基板と当該基板から数μm程度のGa<sub>1-x</sub>N層を取り除き、自立Ga<sub>1-x</sub>N基板15を得た。サファイア基板を除去する方法としては、例えば、機械的研磨または、強アルカリ性、あるいは強酸性薬品によりエッチングすることが可能である。また、荷電ビームあるいは中性ビームによって物理的エッチングを行っても良い。さらに、サファイア基板は透過するが、Ga<sub>1-x</sub>Nでは吸収される紫外線レーザ光を照射して、界面付近を融解して除去することもできる。

【0037】この自立Ga<sub>1-x</sub>N基板15の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、5 × 10<sup>9</sup> cm<sup>-2</sup>であり、一方成長面では、1 × 10<sup>6</sup> cm<sup>-2</sup>という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、4.5 × 10<sup>9</sup> cm<sup>-2</sup>、3.5 × 10<sup>5</sup> cm<sup>-2</sup>という値が得られた。ここで転位密度の測定には、特に基板の裏面のように転位密度が10<sup>8</sup> cm<sup>-2</sup>を超える場合には、平面および断面の透過型電子顕微鏡（TEM）観察を行い、それ以下の転位密度の場合には、化学溶液によって選択的にエッチングし、その結果形成された窪み（エッチピット）の数を光学顕微鏡もしくは走査電子顕微鏡を用いて計数した。エッチピットの形状には大きく二種があり、比較的底の浅いピットが刃状転位と対応している。この検証は、エッチピットの出た試料の断面透過型電子顕微鏡を用いて、暗視野像をとり、電子線のgベクトルと転位線の間隔から転位のバーガスベクトルを決定できるので、これから転位の種類が判定できる。

【0038】得られた自立Ga<sub>1-x</sub>N基板15の反りを測定したところ、その曲率半径として、30 cmという値が得られた。この反りの測定手法として、例えばX線ロッ

キングカーブ測定から簡便で精度が良い結果を得ることができる。すなわち、反っている試料を横方向にXだけ移動させたときのブラッグ角の変化 $\theta_0$ を調べることで、曲率半径 $\rho$ は、

$$(1/\rho) = d\theta_0 / dx$$

なる関係式で得ることができる。

【0039】次に、図1(d)のように、サファイア基板を除去した側の面について約 $150\mu\text{m}$ にわたる領域16を除去し、自立GaN基板17を得た。この除去には溶融KOHを用いた。このエッチング液では、N面のみを選択的にエッチングできるために、特にGaN層の裏面(成長面とは反対側)をエッチングするために便利である。この他にも、エッチングの選択性がなくとも、GaN表面に $\text{SiO}_2$ などの保護膜を形成することで裏面の化学的エッチングが可能であり、また、機械的研磨によっても除去することができる。

【0040】この結果、自立GaN基板17のサファイア基板を除去した側の面の全転位密度は $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 、刃状転位密度は、 $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ と低くなった。この基板の反りを測定したところ、曲率半径は5mと反りが大幅に改善された。この上にInGaN系レーザ構造を成長して、レーザの試作を行ったが、リソグラフィ時に反りの影響で、露光に不均一が出ることはなく、歩留まりが大きく向上した。

#### 【0041】実施例2

本実施例では、前述のELO技術(S. Nakamura, et al., Jpn. J. Appl. Phys., vol 36 (1997) p. L1130)を用いてサファイア基板上にGaNエピタキシャル層を成長させ、その後、サファイア基板を除去することにより自立GaN基板を作製し、評価した。以下、本実施例に係る自立GaN基板の作製方法について図4を参照して説明する。

【0042】まずサファイア基板41を用いて、薄いGaN層42をエピタキシャル成長させ、その上に、GaNの[1-100]方向にストライプ状開口部を有する酸化シリコンマスク43を形成し、トリメチルガリウム(TMGa)および $\text{NH}_3$ を主原料とするMOVPE法により、図4(b)のように $10\mu\text{m}$ の厚さに平坦なGaN層44を成長した。

【0043】次にこの基板を前述の図2に示したHVP E成長装置にセットした。基板領域の温度は電気炉25で $1000^\circ\text{C}$ に設定した。また、原料となるGaCl分圧、 $\text{NH}_3$ 分圧を基板領域でそれぞれ、 $5 \times 10^{-3} \text{ atm}$ 、 $0.3 \text{ atm}$ とした。この条件で成長速度は約 $50\mu\text{m/h}$ である。また、ドーピング原料ガスである $\text{SiH}_4$ 、 $\text{Cl}_2$ は、ドーピングガス導入管26から基板領域に供給することでドーピングを行った。これにより図4(c)のように約 $350\mu\text{m}$ 厚のSiをドーブしたGaN層45を基板上に成長させた。その後、基板を反応管から取り出し、図1(c)で示したのと同様にしてサ

ファイア基板と当該基板から数 $\mu\text{m}$ 程度のGaN層を取り除き、自立基板の形態を有するGaN層45を得た。サファイア基板を除去する方法としては、例えば、機械的研磨または、強アルカリ性、あるいは強酸性薬品によりエッチングすることが可能である。また、荷電ビームあるいは中性ビームによって物理的エッチングを行っても良い。さらに、サファイア基板は透過するが、GaNでは吸収される紫外線レーザ光を照射して、界面付近を融解して除去することもできる。このGaN層45の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $1.5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ であり、一方成長面では、 $2 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 、 $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ という値が得られた。

【0044】得られたGaN層45(自立GaN基板)の反りを測定したところ、その曲率半径として、1mという値が得られた。

【0045】次に、図1(d)のように、サファイア基板を除去した側の面について約 $150\mu\text{m}$ にわたる領域を除去した。この除去には溶融KOHを用いた。このエッチング液では、N面のみを選択的にエッチングできるために、特にGaN基板の裏面(成長面とは反対側)をエッチングするために便利である。この他にも、エッチングの選択性がなくとも、GaN表面に $\text{SiO}_2$ などの保護膜を形成することで裏面の化学的エッチングが可能であり、また、機械的研磨によっても除去することができる。

【0046】この結果、GaN層45のサファイア基板を除去した側の面の全転位密度は $5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 、刃状転位密度は、 $2.5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ と低くなった。この基板の反りを測定したところ、曲率半径は3mと反りが大幅に改善された。この上にInGaN系レーザ構造を成長して、レーザの試作を行ったが、リソグラフィ時に反りの影響で、露光に不均一が出ることはなく、歩留まりが大きく向上した。

#### 【0047】実施例3

本実施例では、PENDEOとよばれる技術(T. S. Zhel'eva, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res., 4S11, G 3.38(1999))を用いてサファイア基板上にGaNエピタキシャル層を成長させ、その後、サファイア基板を除去することにより自立GaN基板を作製し、評価した。以下、本実施例に係る自立GaN基板の作製方法について図5を参照して説明する。

【0048】まずサファイア基板51を用いて、薄いGaNエピタキシャル層52の上に、GaNの[1-100]方向にストライプ状開口部を有する酸化シリコンマスク53を形成した後、ドライエッチング法などにより、図5(b)のようにGaNエピタキシャル層52の一部、および、サファイア基板の一部54のエッチングを行う。次いでトリメチルガリウム(TMGa)および

NH<sub>3</sub>を主原料とするMOVPE法により、図5(c)のように10μmの厚さに平坦なGaN層55を成長する。ドライエッチング部分の一部は空隙となって残存する。

【0049】この基板を、前述の図2に示したHVPE成長装置にセットした。装置内の基板領域の温度は電気炉25で1000℃に設定した。また、原料となるGaCl分圧、NH<sub>3</sub>分圧を基板領域でそれぞれ、 $5 \times 10^{-3}$  atm、0.3 atmとした。この条件で成長速度は約50μm/hである。また、ドーピング原料ガスであるSiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>は、ドーピングガス導入管26から基板領域に供給することでドーピングを行った。このようにして図5(c)のように約350μm厚のSiをドープしたGaN層56を成長させた。

【0050】この基板を反応管から取り出し、図1(c)と同様にしてサファイア基板と当該基板から数μm程度のGaN層を取り除き、自立基板としての形態を有するGaN層56を得た。サファイア基板を除去する方法としては、例えば、機械的研磨または、強アルカリ性、あるいは強酸性薬品によりエッチングすることが可能である。また、荷電ビームあるいは中性ビームによって物理的エッチングを行っても良い。さらに、サファイア基板は透過するが、GaNでは吸収される紫外線レーザー光を照射して、界面付近を融解して除去することもできる。このGaN層56の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では平均して、 $3 \times 10^9$  cm<sup>-2</sup>であり、一方成長面では、 $3 \times 10^6$  cm<sup>-2</sup>という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $2.4 \times 10^9$  cm<sup>-2</sup>、 $1.2 \times 10^6$  cm<sup>-2</sup>という値が得られた。

【0051】得られた自立基板としての形態を有するGaN層56の反りを測定したところ、その曲率半径として、80cmという値が得られた。

【0052】次に、図1(d)と同様にして、サファイア基板を除去した側の面について約150μmにわたる領域を除去した。この除去には溶融KOHを用いた。このエッチング液では、N面のみを選択的にエッチングできるように、特にGaN基板の裏面(成長面とは反対側)をエッチングするために便利である。この他にも、エッチングの選択性がなくとも、GaN表面にSiO<sub>2</sub>などの保護膜を形成することで裏面の化学的エッチングが可能であり、また、機械的研磨によっても除去することができる。

【0053】この結果、GaN層56の、基板除去した側の面の全転位密度は、 $3.5 \times 10^6$  cm<sup>-2</sup>、刃状転位密度は、 $1 \times 10^6$  cm<sup>-2</sup>と低くなった。この基板の反りを測定したところ、曲率半径は4mと反りが大幅に改善された。

【0054】この上にInGaN系レーザ構造を成長して、レーザの試作を行ったが、リソグラフィ時に反りの

影響で、露光に不均一が出ることはなく、歩留まりが大きく向上した。

#### 【0055】実施例4

本実施例では、熱処理によって自立GaN基板表面の転位密度を制御する。以下、本実施例に係る自立GaN基板の作製方法について図3を参照して説明する。

【0056】まずサファイア基板31を用いて、GaN低温バッファ層32上に、前述の図2のHVPE成長装置を用いてGaN低温バッファ層32を成長した(図3(a))。装置内の基板領域で、GaClと導入管23から供給されるNH<sub>3</sub>とが混合し、反応しながら基板24上にGaNが気相成長する。基板領域の温度は電気炉25で1000℃に設定した。また、原料となるGaCl分圧、NH<sub>3</sub>分圧を基板領域でそれぞれ、 $5 \times 10^{-3}$  atm、0.3 atmとした。この条件で成長速度は約50μm/hである。また、ドーピング原料ガスであるSiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>は、ドーピングガス導入管26から基板領域に供給することでドーピングを行った。これにより、約200μm厚のSiをドープしたGaN層33をエピタキシャル成長させた。

【0057】この後、基板を反応管から取り出し、サファイア基板31、GaN低温バッファ層32およびGaN層33の一部を除去した(図3(b))。なお、図3(a)に示すGaN層33は、図3(b)において、自立GaN基板35、および自立GaN基板から除去されたGaN層34に分割されている。GaN層34は数十μm程度とした。

【0058】サファイア基板31の除去方法としては、例えば、機械的研磨または、強アルカリ性、あるいは強酸性薬品によりエッチングすることが可能である。また、荷電ビームあるいは中性ビームによって物理的エッチングを行っても良い。さらに、サファイア基板は透過するが、GaNでは吸収される紫外線レーザー光を照射して、界面付近を融解して除去することもできる。

【0059】以上のようにして得られた自立GaN基板35の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $9 \times 10^9$  cm<sup>-2</sup>であり、一方成長面では、 $1 \times 10^7$  cm<sup>-2</sup>という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $7 \times 10^9$  cm<sup>-2</sup>、 $5 \times 10^6$  cm<sup>-2</sup>という値が得られた。この自立GaN基板35の反りを測定したところ、その曲率半径は90cmと大きな値が得られた。

【0060】この自立GaN基板35を電気炉に入れ、NH<sub>3</sub>雰囲気中で1200℃で24時間熱処理を行った。NH<sub>3</sub>雰囲気としたのは、熱処理の間に分解を防ぐためであるが、試料を密封できれば特にNH<sub>3</sub>を供給しなくとも良い。熱処理の後、転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $4 \times 10^7$  cm<sup>-2</sup>であり、一方成長面では、 $8 \times 10^5$  cm<sup>-2</sup>と転位密度の大幅な改善が見られた。このうち刃状転位に関して



は、それぞれ、 $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 、 $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値が得られた。熱処理後の自立 GaN 基板 35 の反りを測定したところ、その曲率半径として 6 m となり、反りも大幅に改善された。

【0061】この上に InGa<sub>0.15</sub>N 系レーザ構造を成長して、レーザの試作を行ったが、リソグラフィ時に反りの影響で、露光に不均一が出ることはなく、歩留まりが大きく向上した。

#### 【0062】実施例 5

本実施例では、エピタキシャル成長中に熱処理過程を挿入することによって自立 GaN 基板表面の転位密度を制御する。以下、本実施例に係る自立 GaN 基板の作製方法について説明する。

【0063】本実施例では、サファイア C 面基板を用い、前述の図 2 の HVPE 装置を用い、図 3 に示した工程により GaN 層の成長を行った。このとき、図 6 に示すような温度シーケンスに従って GaN 層 33 の成長および熱処理を行った。成長中の GaCl 分圧は  $5 \times 10^{-3} \text{ atm}$ 、NH<sub>3</sub> 分圧は 0.3 atm とした。

【0064】はじめに炉内温度を 1200℃に設定し、H<sub>2</sub> 気流中でサファイア基板のサーマルクリーニングを行った。次に、炉内温度を 500℃に下げ、GaN 低温バッファ層 32 を堆積した。その後炉内温度を 1000℃に上げ、GaN 層を 50 μm 成長した。ここで一旦原料供給を停止し、熱処理を行った。すなわち、NH<sub>3</sub> 雰囲気中で炉内温度を 1400℃まで上昇させ、そのまま 10 分間保持した。さらに炉内温度を 500℃まで下げ、そのまま 5 分間保持した。この一連の熱処理終了後、再び炉内温度を 1000℃まで上昇させた。引き続いて GaN 層をさらに 150 μm 成長させ、合計膜厚 200 μm の GaN 層 33 を得た。

【0065】この後、基板を反応管から取り出し、サファイア基板 31、GaN 低温バッファ層 32 および GaN 層 33 の一部を除去した（図 3 (b)）。なお、図 3 (a) に示す GaN 層 33 は、図 3 (b) において、自立 GaN 基板 35、および自立 GaN 基板から除去された GaN 層 34 に分割されている。GaN 層 34 は数十 μm 程度とした。サファイア基板 31 の除去方法としては、前述した方法を採用することができる。

【0066】以上のようにして得られた自立 GaN 基板 35 の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $4 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  であり、成長面では、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $1.5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 、 $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値が得られた。この GaN 層の反りを測定したところ、その曲率半径は 7 m であった。熱処理過程を行わずに成長した場合にはサファイア基板を除去した側の面では、 $9 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  であり、一方成長面では、 $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  であった。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $7 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値とな

$\text{m}^{-2}$ 、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値となった。この GaN 層の反りを測定したところ、その曲率半径は 90 cm と反りが大きい基板であったことから、成長中に熱処理過程を挿入することによって、反りを大幅に改善できた。

#### 【0067】実施例 6

本実施例では、エピタキシャル成長中に複数回の熱処理過程を挿入することによって、自立 GaN 基板表面の転位密度をさらに高精度に制御する。以下、本実施例に係る自立 GaN 基板の作製方法について説明する。

【0068】本実施例では、サファイア C 面基板を用い、前述の図 2 の HVPE 装置を用い、図 3 に示した工程により GaN 層の成長を行った。このとき、図 7 に示すような温度シーケンスに従って GaN 層 33 の成長および熱処理を行った。成長中の GaCl 分圧は  $5 \times 10^{-3} \text{ atm}$ 、NH<sub>3</sub> 分圧は 0.3 atm とした。

【0069】はじめに炉内温度を 1200℃に設定し、H<sub>2</sub> 雰囲気中でサファイア基板のサーマルクリーニングを行った。次に、炉内温度を 500℃に下げ、低温バッファ層 33 を堆積した。その後炉内温度を 1000℃に上げ、GaN 層を 25 μm 成長した。ここで一旦原料供給を停止し、熱処理を行った。すなわち、NH<sub>3</sub> 雰囲気中で炉内温度を 1400℃まで上昇させ、そのまま 10 分間保持した。さらに炉内温度を 500℃まで下げ、そのまま 5 分間保持した。この一連の熱処理終了後、再び炉内温度を 1000℃まで上昇させた。以降、GaN 層を 25 μm 成長するごとに同様の成長中断と熱処理を行い、合計膜厚 200 μm の GaN 層 33 を得た。

【0070】この後、基板を反応管から取り出し、サファイア基板 31、GaN 低温バッファ層 32 および GaN 層 33 の一部を除去した（図 3 (b)）。なお、図 3 (a) に示す GaN 層 33 は、図 3 (b) において、自立 GaN 基板 35、および自立 GaN 基板から除去された GaN 層 34 に分割されている。GaN 層 34 は数十 μm 程度とした。なお、サファイア基板 31 の除去方法としては、前述した方法を採用することができる。

【0071】以上のようにして得られた自立 GaN 基板 35 の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $2 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  であり、一方成長面では、 $4 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $9 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 、 $1.5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値が得られた。この GaN 基板の反りを測定したところ、その曲率半径は 10 m であった。熱処理過程を行わずに成長した場合にはサファイア基板を除去した側の面では、 $9 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  であり、一方成長面では、 $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  であった。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $7 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  という値となった。この GaN 基板の反りを測定したところ、その曲率半径は 90 cm と反りが大きい基板であったことから、



成長中に熱処理過程を挿入することによって、反りを大幅に改善できた。

#### 【 0 0 7 2 】 実施例 7

本実施例では、熱処理を行うことによって自立 G a N 基板表面の転位密度を制御するものであり、自立基板を熱処理する際、素子形成面をマスクで覆う方法を採用している。以下、本実施例に係る自立 G a N 基板の作製方法について説明する。

【 0 0 7 3 】 本実施例では、サファイア C 面基板を用い、前述の図 2 の H V P E 装置を用い、図 3 に示した工程により G a N 層の成長を行った。まずサファイア基板 3 1 上に G a N 低温パuffers 層 3 2 を形成した。つづいて G a N 層 3 3 を以下のようにして成長させた。まず図 2 の装置内の基板領域の温度は電気炉 2 5 で 1 0 0 0 ° C に設定し、原料となる G a C l 分圧、N H <sub>3</sub> 分圧を基板領域でそれぞれ、 $5 \times 10^{-3}$  a t m、0. 3 a t m とした。この条件で成長速度は約 5 0 μ m / h である。また、ドーピング原料ガスである S i H <sub>2</sub> C l <sub>2</sub> は、ドーピングガス導入管 2 6 から基板領域に供給することでドーピングを行った。以上のようにして、約 2 0 0 μ m 厚の S i をドーピングした G a N 層 3 3 を成長させた。

【 0 0 7 4 】 この後、基板を反応管から取り出し、サファイア基板 3 1、G a N 低温パuffers 層 3 2 および G a N 層 3 3 の一部を除去した ( 図 3 ( b ) )。なお、図 3 ( a ) に示す G a N 層 3 3 は、図 3 ( b ) において、自立 G a N 基板 3 5、および自立 G a N 基板から除去された G a N 層 3 4 に分割されている。G a N 層 3 4 は数十 μ m 程度とした。なお、サファイア基板 3 1 の除去方法としては、前述した方法を採用することができる。

【 0 0 7 5 】 以上のようにして得られた自立 G a N 基板 3 5 の転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $9 \times 10^9$  c m <sup>-2</sup> であり、成長面では、 $1 \times 10^7$  c m <sup>-2</sup> という値が得られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $7 \times 10^9$  c m <sup>-2</sup>、 $5 \times 10^9$  c m <sup>-2</sup> という値が得られた。この G a N 層の反りを測定したところ、その曲率半径は 9 0 c m と反りが大きい基板となった。

【 0 0 7 6 】 次に、この自立 G a N 基板 3 5 の全面を S i O <sub>2</sub> 膜で覆った。成膜は C V D によって行った。これによって、高温で熱処理を行っても G a N 基板の分解を防ぐことができる。続いてこの自立 G a N 基板 3 5 を電気炉に入れ、大気中、1 6 0 0 ° C で 2 時間の熱処理を行った。熱処理の後、転位密度を調べた結果、サファイア基板を除去した側の面では、 $6 \times 10^7$  c m <sup>-2</sup> であり、一方成長面では、 $9 \times 10^5$  c m <sup>-2</sup> と転位密度の大幅な改善が見られた。このうち刃状転位に関しては、それぞれ、 $4 \times 10^7$  c m <sup>-2</sup>、 $3.5 \times 10^5$  c m <sup>-2</sup> という値が得られた。この G a N 基板の反りを測定したところ、その曲率半径として 3. 5 m となり、反りも大幅に改善され、I n G a N 系レーザ構造を成長し

て、レーザの試作を行ったが、リソグラフィ時に反りの影響で、露光に不均一が出ることはなく、歩留まりが大きく向上した。

【 0 0 7 7 】 上記実施例の結果を表 1、表 2 にまとめた。また、得られた自立 G a N 基板の表面および裏面の転位密度比と基板曲率半径との関係を図 8 および図 9 に示した。図 8 および図 9 の結果からわかるように、全転位密度比が 7 5 0 未満の場合 ( 図 8 に全転位密度比 7 5 0 のラインを示した。 )、および、刃状転位密度比が 1 0 0 0 未満の場合 ( 図 9 に刃状転位密度比 1 0 0 0 のラインを示した。 ) に、顕著に曲率半径が増加し、反りが低減されることがわかる。

#### 【 0 0 7 8 】

##### 【 表 1 】

表 1

|                                |                | 実施例 1             |                 | 実施例 2             |                   | 実施例 3             |                   | 実施例 4           |                 |
|--------------------------------|----------------|-------------------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
|                                |                | 未処理               | 処理有り            | 未処理               | 処理有り              | 未処理               | 処理有り              | 未処理             | 処理有り            |
| 転位密度<br>( $\text{cm}^{-2}$ )   | 基板を除去した<br>側の面 | $5 \times 10^9$   | $5 \times 10^7$ | $1.5 \times 10^9$ | $5 \times 10^8$   | $3 \times 10^9$   | $3.5 \times 10^8$ | $9 \times 10^9$ | $4 \times 10^7$ |
|                                | 成長面            | $1 \times 10^6$   | ←               | $2 \times 10^6$   | ←                 | $3 \times 10^6$   | ←                 | $1 \times 10^7$ | $3 \times 10^5$ |
| 刃状転位密度<br>( $\text{cm}^{-2}$ ) | 基板を除去した<br>側の面 | $4.5 \times 10^9$ | $3 \times 10^7$ | $1 \times 10^9$   | $2.5 \times 10^8$ | $2.4 \times 10^9$ | $1 \times 10^8$   | $7 \times 10^9$ | $1 \times 10^7$ |
|                                | 成長面            | $3.5 \times 10^5$ | ←               | $1 \times 10^6$   | ←                 | $1.2 \times 10^8$ | ←                 | $5 \times 10^6$ | $3 \times 10^5$ |
| 全転位密度比                         |                | 5000              | 50              | 750               | 250               | 1000              | 120               | 900             | 50              |
| 刃状転位密度比                        |                | 13000             | 86              | 1000              | 250               | 2000              | 83                | 1400            | 33              |
| 曲率半径<br>( $\mu\text{m}$ )      |                | 0.3               | 5               | 1                 | 3                 | 0.8               | 4                 | 0.9             | 6               |

17

( 10 )

特開 2003-277195

18

【0079】  
【表 2】

表2

|                                |                | 実施例5            |                   | 実施例6            |                   | 実施例7            |                   |
|--------------------------------|----------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|
|                                |                | 未処理             | 処理有り              | 未処理             | 処理有り              | 未処理             | 処理有り              |
| 転位密度<br>( $\text{cm}^{-2}$ )   | 基板を除去した<br>側の面 | $9 \times 10^9$ | $4 \times 10^7$   | $9 \times 10^9$ | $2 \times 10^7$   | $9 \times 10^9$ | $6 \times 10^7$   |
|                                | 成長面            | $1 \times 10^7$ | $5 \times 10^6$   | $1 \times 10^7$ | $4 \times 10^6$   | $1 \times 10^7$ | $9 \times 10^5$   |
| 刃状転位密度<br>( $\text{cm}^{-2}$ ) | 基板を除去した<br>側の面 | $7 \times 10^9$ | $1.5 \times 10^7$ | $7 \times 10^9$ | $9 \times 10^6$   | $7 \times 10^9$ | $4 \times 10^7$   |
|                                | 成長面            | $6 \times 10^6$ | $2 \times 10^5$   | $5 \times 10^6$ | $1.5 \times 10^5$ | $5 \times 10^6$ | $3.5 \times 10^5$ |
| 全転位密度比                         |                | 900             | 8                 | 900             | 5                 | 900             | 67                |
| 刃状転位密度比                        |                | 1400            | 7.5               | 1400            | 6                 | 1400            | 114               |
| 曲率半径<br>( $\mu\text{m}$ )      |                | 0.9             | 7                 | 0.9             | 10                | 0.9             | 3.5               |

【0080】以上、実施例に基づいて本発明を説明したが、これらは例示であり、それらの各プロセスの組合せ等にいろいろな変形例が可能なこと、またそうした変形例も本発明の範囲にあることは当業者に理解されるところである。たとえば、実施例5、実施例6において、サファイア基板除去後、さらに転位低減のための処理を行ってもよい。たとえば、異種基板を分離した側から100 $\mu\text{m}$ 以上にわたる領域を除去する工程を実施してもよい。また、自立GaN基板を1150 $^{\circ}\text{C}$ 以上の温度で熱処理する工程を実施してもよい。また、実施例では自立GaN基板の製造方法を例に挙げたが、自立AlGaN基板に適用することもできる。

#### 【0081】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、基板内の転位密度、特に刃状転位密度を制御しているため、反りの小さい自立したIII-V族窒化物系半導体基板が安定的に得られる。

【0082】本発明の基板を用いることにより、設計通りの発光素子や電子素子を歩留まり良く製造することが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る自立GaN基板の製造工程の一例を説明するための工程断面図である。

【図2】実施例に示すGaN成長に用いたハイドライド気相成長装置の模式図である。

【図3】本発明に係る自立GaN基板の製造工程の一例を説明するための工程断面図である。

【図4】本発明に係る自立GaN基板の製造工程の一例を説明するための工程断面図である。

【図5】本発明に係る自立GaN基板の製造工程の一例を説明するための工程断面図である。

【図6】本発明に係る自立GaN基板の製造工程における温度プロファイルの例を説明するための工程断面図である。

【図7】本発明に係る自立GaN基板の製造工程における温度プロファイルの例を説明するための工程断面図で

ある。

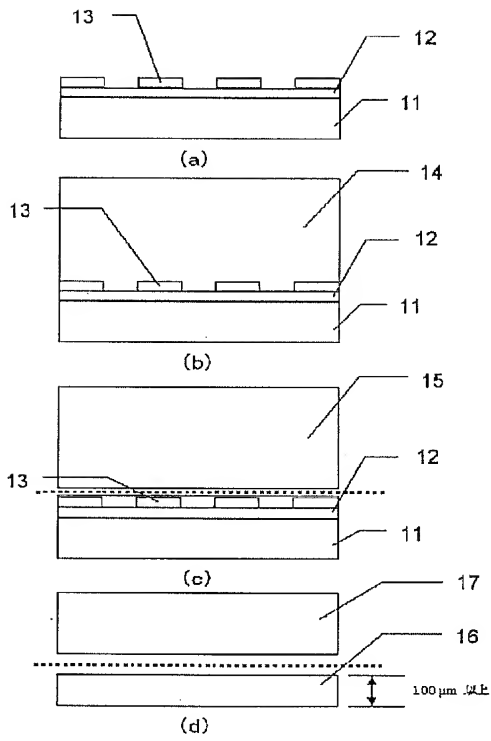
【図8】自立GaN基板の表面および裏面の全転位密度比と基板曲率半径との関係を示す図である。

【図9】自立GaN基板の表面および裏面の刃状転位密度比と基板曲率半径との関係を示す図である。

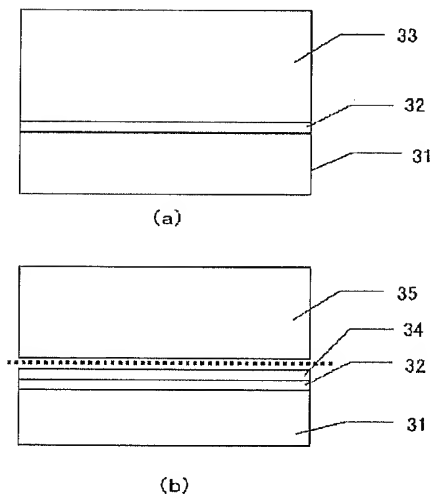
#### 【符号の説明】

- 11 サファイア基板
- 12 GaNエピタキシャル層
- 13 酸化シリコンマスク
- 14 GaN層
- 15 自立GaN基板
- 16 領域
- 17 自立GaN基板
- 21 Ga金属
- 22 導入管
- 23 導入管
- 24 基板
- 25 電気炉
- 26 ドーピングガス導入管
- 31 サファイア基板
- 32 GaN低温バッファ層
- 33 GaN層
- 34 GaN層
- 35 自立GaN基板
- 41 サファイア基板
- 42 GaN層
- 43 酸化シリコンマスク
- 44 GaN層
- 45 GaN層
- 51 サファイア基板
- 52 GaNエピタキシャル層
- 53 酸化シリコンマスク
- 54 サファイア基板の一部
- 55 GaN層
- 56 GaN層

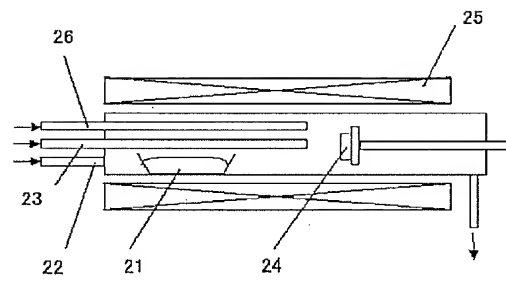
【図 1】



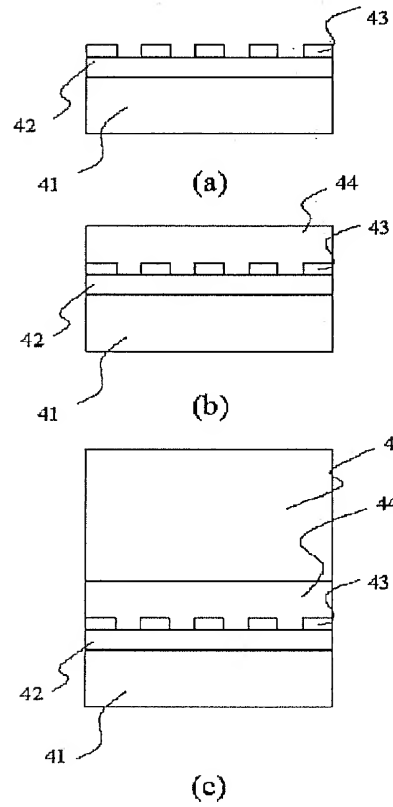
【図 3】



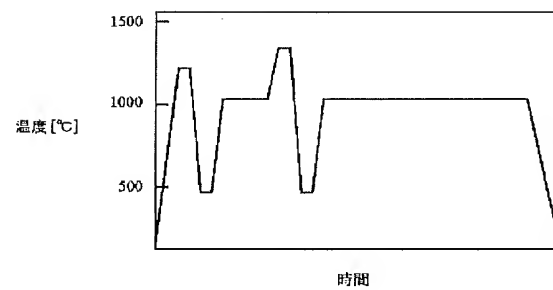
【図 2】



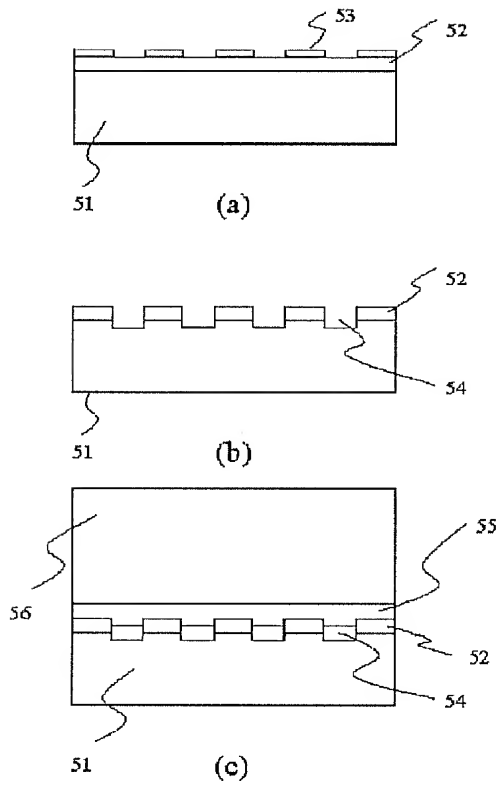
【図 4】



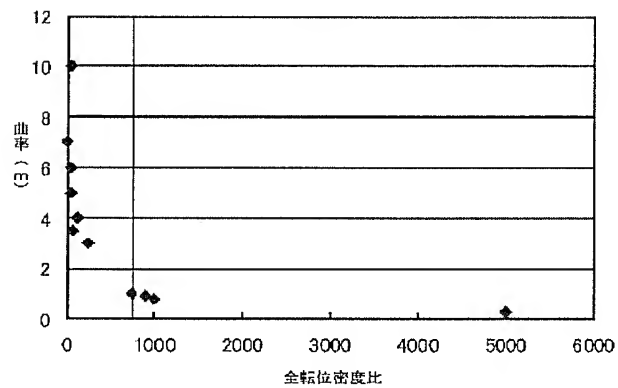
【図 6】



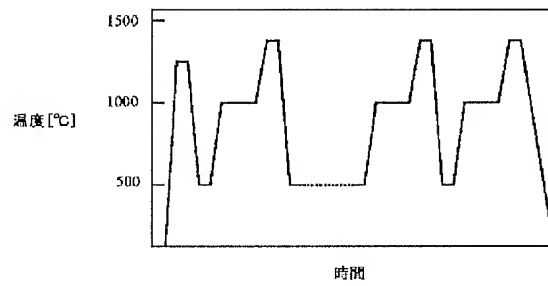
【図 5】



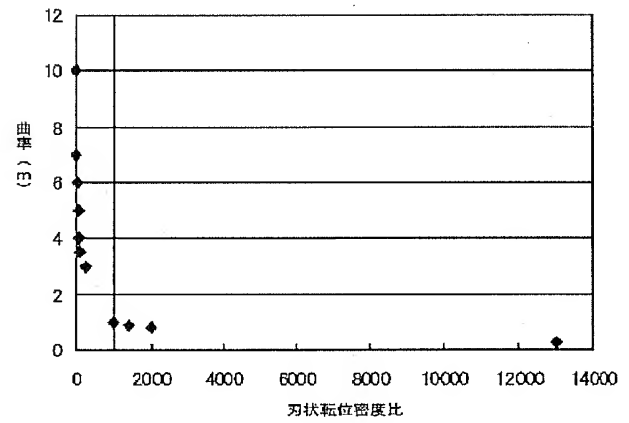
【図 8】



【図 7】



【図 9】



フロントページの続き

(72) 発明者 柴田 真佐知  
茨城県土浦市木田余3550番地 日立電線株  
式会社アドバンスリサーチセンタ内

(72) 発明者 大島 祐一  
茨城県土浦市木田余3550番地 日立電線株  
式会社アドバンスリサーチセンタ内

F ターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BE15 DB05 DB08  
ED06 EF01 FE02 FE11 FJ03  
HA02 HA12 TA04 TB04 TB05  
TK01  
5F041 AA40 CA22 CA40 CA64 CA73  
5F045 AA04 AB14 AC03 AC12 AC19  
AD14 AF09 AF20 BB11 BB12  
DA67  
5F073 CA01 CB05 DA04 EA28

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-277195

(43)Date of publication of application : 02.10.2003

(51)Int.Cl.

C30B 29/38  
H01L 21/205  
H01L 33/00  
H01S 5/323

(21)Application number : 2002-084963

(71)Applicant : NEC CORP  
HITACHI CABLE LTD  
(72)Inventor : USUI AKIRA  
SHIBATA MASATOMO  
OSHIMA YUICHI

(22)Date of filing : 26.03.2002

## (54) GROUP III-V NITRIDE-BASED SEMICONDUCTOR SUBSTRATE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a self-standing group III-V nitride-based semiconductor substrate with reduced warp.

SOLUTION: The self-standing GaN substrate having a surface dislocation density of  $4 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ , a rear surface dislocation density of  $8 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$  and a dislocation density ratio of 50 is obtained by first epitaxially growing a GaN layer 33 on a sapphire substrate 31 through a GaN low temperature buffer layer 32, then taking the substrate out of a reaction tube, removing the sapphire substrate 31, the GaN low temperature buffer layer 32 and a part of the GaN layer 33 to obtain a self-standing GaN substrate 35 (Figure 3 (b)), thereafter placing the self-standing GaN substrate 35 in an electric furnace, and subjecting the self-standing GaN substrate 35 to heat-treatment at  $1,200^\circ \text{C}$  under an  $\text{NH}_3$  atmosphere for 24 h. The warp of the self-standing GaN substrate is significantly reduced.

